

WR  
M.A.4  
S9ce  
ITEM No. 30, 8, 22, 24  
FILE No. XXV-26

92431  
DOCUMENT SERIAL  
R.G.  
COPY No. \_\_\_\_\_  
Classification Cancelled.  
by authority of  
The Joint Chiefs of Staff,  
by Col. E. W. Gruhn. *EWG*  
~~CONFIDENTIAL~~ *CH*

UNCLASSIFIED

I. G. FARBENINDUSTRIE, MAINKUR - HOECHST

UNCLASSIFIED

~~CONFIDENTIAL~~

COMBINED INTELLIGENCE OBJECTIVES  
SUB-COMMITTEE

1945

HD  
9654.5  
C433i  
1945





CONFIDENTIAL

I.G. FARBENINDUSTRIE  
MAINKUR-HOECHST

Reported By:

Captain C.C. CHAFFEE, U.S.  
H.V. ATWELL, U.S.

On behalf of  
British Ministry of Fuel and Power  
and  
U.S. Technical Industrial Intelligence Committee

CIOS Target Numbers 30/188, 8/59b, 22/1 G, 24/4  
Fuels & Lubricants  
Chemical Warfare  
Miscellaneous Chemicals  
Medical

June 15, 1945

COMBINED INTELLIGENCE OBJECTIVES SUB-COMMITTEE  
G-2 Division, SHAEF (Rear), APO 413

CONFIDENTIAL



CONFIDENTIAL

TABLE OF CONTENTS

<u>Subject</u>	<u>Page No.</u>
Investigation Procedure.....	3
Description of Target.....	3
Crude Oil Demulsifying Agents.....	3
Miscellaneous Chemical Products.....	5
Samples.....	6
Recommendations.....	6
Table I..... Department Personnel.....	7
Table II..... Research Project Assign- ments.....	8
Manufacturing Instructions	
Humectol CX (Dismulgan V).....	10
Kaurit MKF.....	16
Trypaflavin.....	19
Thiodiphenylamin S.....	24
Dismulgan IV.....	27
Dismulgan VII.....	30
List of Captured Documents.....	33

Personnel of Team

Captain C.C. CHAFFEE, U.S. Army Ordnance  
Captain G.A.A. MOIR, British General List  
H.V. ATWELL, Petroleum Administration for War, U.S.A.

CONFIDENTIAL



## 1. Investigation Procedure

The I.G. Farbenindustrie plant at Mainkur was visited by CAFT assessors Capt. C.C. Chaffee and Capt. G.A.A. Moer on 5th April, 1945, at which time considerable information was obtained regarding organization, principal products, manufacturing processes and lines of research from the plant manager, Dr. Giesler. On 9th May, 1945, the plant was visited again by Mr. H.V. Atwell, who interrogated Messrs. Zerweck and Ritter specifically about their crude oil demulsifying agents known as "Dismulgans." The information obtained on both visits is consolidated in this report.

## 2. Description of Target

The Mainkur plant was normally engaged in the manufacture of dyestuffs and intermediates and employed 1,500 to 2,000 workers. During the war, this business declined and at the time of assessment only 1,000 to 1,200 workers were employed, and about 40% of the output was related to dyes. The distribution of technical personnel by Departments is shown by Table I, page 5, and the fields of research of most of the technical men in the scientific laboratory are shown by Table II, page 6. The principal current products are enumerated and discussed below

## 3. Crude Oil Demulsifying Agents

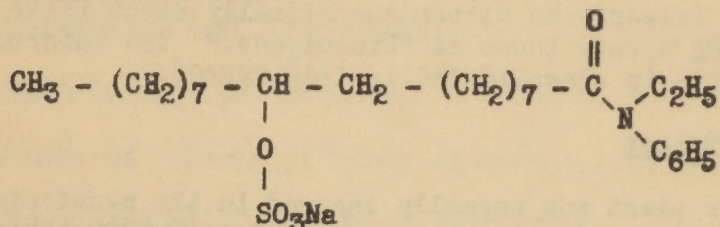
The Mainkur demulsifying agents are known as "Dismulgans" and are of four different kinds according to the crude oil emulsions which they are designed to treat, as follows:

Dismulgan IV for Vienna  
Dismulgan V for Elsass  
Dismulgan VI for Vienna  
Dismulgan VII for Hamburg

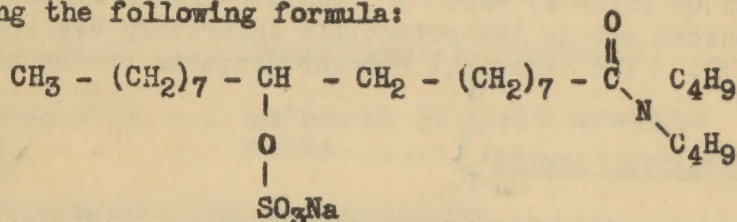
It was stated that crude oil emulsions usually require 0.3% of these agents, although sometimes less will suffice. At Erdoel Betrieb Reithbrock (Eergedorf) on 7th May, Mr. L.P. Evans of CAFT #3, 21st Army Group, was told that Dismulgan VII was used to treat Hamburg crude by adding 750 grams of Dismulgan (dissolved in about ten volumes of water) to each cubic meter of crude. The mixture was heated to 75°C. and settled for about 8 hours which resulted in a salt content of not more than 0.02% by weight. The same Dismulgan was not effective on Nienhagen crude. Mainkur production amounted to 30 to 40 tons per month. Written statements given to Captain Chaffee and oral statements to Mr. Atwell regarding the composition of these materials were somewhat contradictory but are summarized below.



Dismulgan IV: This was stated to be made by reacting oleylchloride with dibutylamine and then with sulfuric acid. However, the written instructions for preparation, reproduced in part on Page 25, indicate that N-ethylaniline rather than butylamine is used and that the final product is a sodium salt instead of the acid. Assuming the written record to be more accurate, and correcting typographical errors appearing therein, the formula would be:

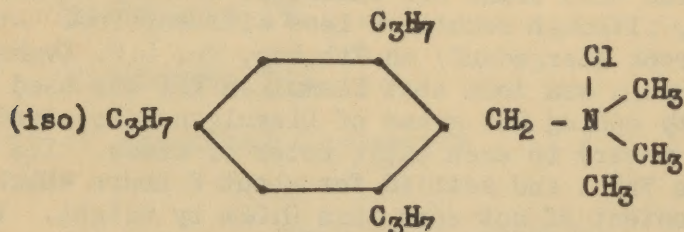


Dismulgan V: This was stated to be the sulfate of oleylethylanilide but the written record, which is presumably more dependable, indicates that it is the same as Humectol CX, having the following formula:



It is made like Dismulgan IV but using Diisobutylamine in place of N-ethyl aniline, as described in Page 8. Apparently in conversation the two compounds were inter-changed, and the final neutralization with caustic soda was not mentioned.

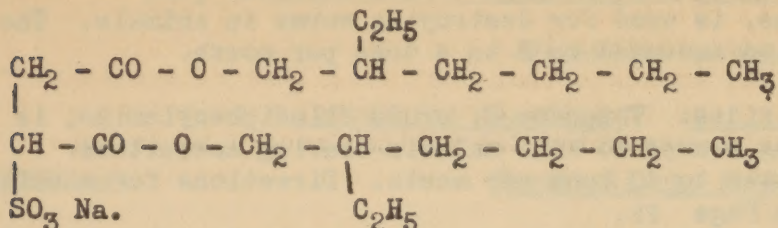
Dismulgan VI: This was stated to be a mixture, in proportions unknown to our informants, of Dismulgan V with the following:



No written instructions on Dismulgan VI were obtained. There is obviously some uncertainty about what was meant by the statement that Dismulgan V was used in this mixture.



Dismulgan VII: This material has the following structure.



Instructions for its preparation are reproduced on Page 28.

#### 4. Miscellaneous Chemical Products

1. Dyes and Colors: Production amounted to 400-500 tons per month of sulfur dyes, vat dyes and azo dyes for dyeing and printing of military and civilian textiles.

2. Textile Aids: These included 60-80 tons per month of Humectol CX for printing vat colors and Katanole tannin substitute, and up to 30 tons per month of Kaurit MKF, a material for crease resistant fabrics from Melamine. Instructions for the preparation of Humectol CX and Kaurit MKF are reproduced in part on Pages 8 and 14 of the Appendix. Humectol CX was stated to be the same as Dismulgan V which is discussed on Page 2.

3. Detergents-Textile Aids from fatty Alcohol base: Of these the principal product was Ocenol-Sulfonate which was just going into production with an estimated ultimate capacity of 40 tons per month.

4. Intermediates for Synthetic Plastics: Melamine was made by a Swiss process to the extent of 40 tons per month, which was to be expanded to 120 tons per month.

5. Synthetic lacquer resins: Maprenal, a condensation product of malamine and formaldehyde was made to the extent of 100 tons per month. A second form of maprenal was made by condensing benzylguanidine with formaldehyde.

6. Other High Polymer Resins: Pollon I was an acronyl plastic used for waterproofing textiles.

7. Miscellaneous Medicinal Products: Trypaflavin, a prophylactic for colds, catarrh, etc., was made in amounts of about 2 tons per month. Directions obtained at Mainkur for preparing this material are reproduced in part on page 17..



8. Animal Medicinal Products: Phenothiazin, pure thiodiphenylamine, is used for destroying worms in animals. The Mainkur production amounted to 3 to 4 tons per month.

9. Insecticides: Thiamine S, crude thiodiphenylamine, is used for spraying swamps to kill malaria-bearing mosquitoes. Production amounted to 40 tons per month. Directions for manufacture are reproduced on Page 22.

Dr. Giesler stated that Mainkur had done no work on vaccines or sera, nor on any chemical warfare agents. He said they had no contact with, or knowledge of, Japanese activities. From conversation and observation at the plant and from inspection of captured documents there seemed to be no reason to doubt the truth of these statements.

## 5. Samples

Duplicate sets of the samples listed below were obtained:

Kaurit MKF  
Ocenol Sulfonate (Laboratory Product)  
Trypaflavin, pure  
Thiodiphenylamine, pure  
Thiodiphenylamine S  
Dismulgan IV  
Dismulgan V  
Dismulgan VI  
Dismulgan VII

One set of all samples was delivered to Col. P.R. Tarr of TIIC for examination and tests on behalf of the United States. The second set of Dismulgan samples was delivered to Mr. C.C. Chilvers of the Petroleum Board and the second set of pharmaceuticals, etc. was delivered to Mr. A.E. Childs for whatever tests the British agencies care to make. A third set of Dismulgan samples obtained by Mr. Atwell is being returned through TIIC to PAW for tests in the United States.

## 6. Recommendations

No further action on this target seems necessary until tests are obtained on captured samples. Then further details should be obtained regarding any product which appears important. In particular, if Dismulgans IV or V are found effective, the discrepancy between oral and written statements regarding their composition must be cleared up.

Capt. C.C. Chaffee  
H.V. Atwell



TABLE I

DEPARTMENTAL PERSONNEL

Frankfurt a. Main, den 5.4. 1945

Liste der Chemiker

Werksleitung:

Direktor Dr. Giesler

Physikalische Abteilung:

Dr. Rein

Dr. Farr

Abteilung Schwefelfarben:

Dr. Schick

Dr. Heinrich

Dr. Gollnow

Dr. Frohneberg

Dr. Menzer ) Im

)

Dr. Ziegler ) Heeresdienst

Dr. Kohl

Wissenschaftliches Laboratorium:

Dr. Murawski

Dr. Zerweck

Dr. Korten

Dr. Will

Dr. Ritter

Dr. Müller

Abteilung Küpenfarben:

Dr. Ochwat

Dr. Fiedmair

Dr. Fleisch-  
hauer

Dr. Pommer

Dr. Schütz

Dr. Frister

Dr. Schulte

Dr. Brunner

Dr. Sondag

Dr. Keller

Dr. Löwe  
im Heeresdienst

Abteilung Azofarben:

Dr. Ferreau

Dr. Salkowski

Dr. Wölfel

Dr. Schultis

Dr. Kern

Dr. Schwemberger

Dr. Kunze

Analytisches Laboratorium:

Dr. Jassoy

Dr. Schubert

Dr. Albrecht

Dr. Honold

Dr. Hechtenberg

Färberei:

Dr. Pässler

Dr. Gofferje

Dipl. Ing. Hübner

Dr. Trösken

Dr. Kleinhans



## TABLE II

### RESEARCH PROJECT ASSIGNMENTS

- 1.) Dr. Brunner Synthetische selbsttrockene Lackharze der aromatischen Reihe.
- 2.) Dr. Fleischhauer Derivate der Cellulose, insbesondere der Amino-Cellulose
- 3.) Dr. Goffert a) Formaldehyd-Kondensationsprodukte von Kalkstockstoff, Cyanamid, Dicyandiamid etc. als Animalisierungsmittel und zur Verbesserung der Echtheiten substantiver Färbungen.  
b) Prüfung von Stabilisierungsmittel.
- 4.) Dr. Hechtenberg Schwefelfarbstoffe.
- 5.) Dr. Honold a) Hochmolekulare Sulfonamide (entsprechend Superpolyamide)  
b) Egalisierungsmittel für Küpen- und Schwefelfarbstoffe.
- 6.) Dr. Keller Derivate des Melamins und ähnlicher Substanzen für Lackharze und Kunststoffe.
- 7.) Dr. Korten a) Herstellung von Furfurol aus Haberschalen.  
b) Herstellung von ungesättigten Verbindungen und Herstellung von Polysulfonen daraus mit  $\text{SO}_2$ .
- 8.) Dr. Kunze Mischpolymerisate aus verschiedenen polymerisierbaren Verbindungen.
- 9.) Dr. Müller, Rud. Herstellung von Stabilisierungsmittel für Poly-vinyl-chlorid und anderen chlorhaltigen Kunststoffen.
- 10.) Dr. Riedmair a) Weichmacher für Kunststoffe (Sulfosäure-ester).  
b) Derivate des Thio-diphenylamins als Schädlingsbekämpfungs und Wurmmittel.  
c) Sulfonamide ("Prontosil").
- 11.) Dr. Ritter a) Ketone und Alkohole der aromatischen und hydroaromatischen Reihe als Weichmacher für Kunststoffe.  
b) Tetrahydropyran aus Furfurol und Derivate desselben.



- 12.) Dr. Salkowski     Derivate des Melamins und ähnlicher Verbindungen für Lackharze und zur Verwendung in der Textillindustrie.
- 13.) Dr. Schubert     Kondensations-Produkte von heterocyclischen Aminen mit Formaldehyd.
- 14.) Dr. Schütz        Papierleimungs- und Hydrophorbierungsmittel (Uniformen).
- 15.) Dr. Schultis        Derivate des Kalkstockstoffes, die sich als Lösungsmittel eignen, insbesondere die Dialkyl-cyanamide.
- 16.) Dr. Schwemberger    Papierveredlungs-Mittel vor allen auf Grundlage Melamin.
- 17.) Dr. Trösken        Kapillaraktive Substanzen zur Verwendung in der Textil und Erdölindustrie.



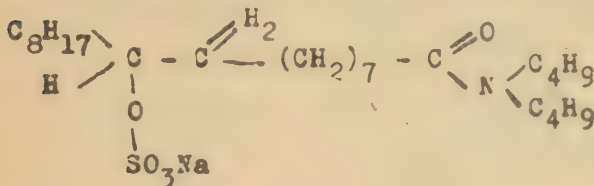
## Verfahren zur Herstellung von

## Humectol CX

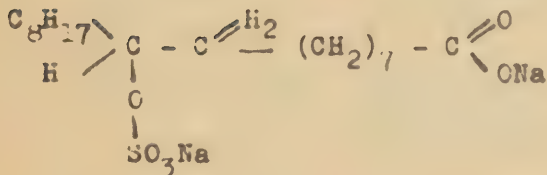
=====

dient als Netz- und Egalisiermittel.Chemischer Vorgang:

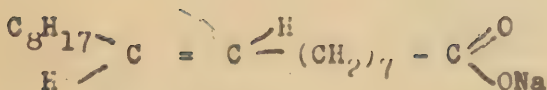
Ölsäure wird in Ölsäurechlorid übergeführt, dieses mit Diisobutylamin zu Ölsäure-di-isobutylamid kondensiert und mit Monohydrat in den Sulfoester übergeführt. Die vor der Sulfierung zugesetzte freie Ölsäure wird ebenfalls in den Sulfoester übergeführt, sodass das Humectol CX in der Hauptsache aus einem Gemisch des Sulfoesters des Ölsäure-di-isobutylamids und des <sup>freien</sup> Sulfoesters der Ölsäure neben etwas Ölsaurem Natrium besteht.



Sulfoester des Ölsäure-di-isobutylamids Mol. 518.



Sulfoester des Ölsauren Na. Mol. 424.



Ölsaures Natrium Mol. 304.

#### Ansatz:

500	kg	Ölsäure Mol. 282,
100	"	Phosphortrichlorid Mol. 137 (Theorie 81 kg),
344	"	Natronlauge 33° Bé = 93 kg 100%,
208	"	Diisobutylamin Mol. 129,
500	l	Schwefelsäure 50% = 485 kg 95%,
730	kg	Trichloraethylen,
180	"	Ölsäure,
748	"	Monohydrat (Theorie 236),
176	"	Trichloraethylen,
1600	"	Eis,
432	"	Natronlauge 33° Bé = 128 kg 100%,
50	"	Ölsäure.

#### A. Ölsäurechlorid:

In den sauer ausgesteinten Doppelkessel von 1000 l Inhalt (Pos. 1) laufen aus dem Ölsäuremassgefäß (Pos. 5a) 500 kg (= 536 l) Ölsäure heller Qualität der Hammonia Ofenbach und werden auf 50° angewärmt. Unter die Oberfläche kommen dann aus



dem Massgefäß (Pos. 1a) 100 kg Phosphortrichlorid = 63,5 l, wobei die Temperatur auf 45° zurückgeht. Das Rührwerk lässt man dann 3 Umdrehungen machen, stellt wieder ab, erhitzt auf 55° und hält 3 Stunden bei dieser Temperatur. Nach dieser Zeit ist die Reaktion beendet. Die entstandene phosphorige Säure setzt sich als dickes Öl am Boden ab. Der Kesselinhalt wird dann in den 1000 l homogen verbleiten Scheider (Pos. ~~1~~ <sup>2</sup>) gedrückt, wo in 12 Stunden eine gute Trennung sich vollzieht. Im Winter wird schon nach 5-6 Stunden ein Teil der phosphorigen Säure abgezogen, da dieselbe sonst erstarrt. Die am Boden sitzende phosphorige Säure wird in den Kanal gelassen (ca. 45 kg). Im Scheider befindet sich dann das Ölsäurechlorid.

Ausbeute: 530 - 535 kg, Spez.Gew. 0,92 - 0,93.

Prüfung des Ölsäurechlorids siehe Probe Nr. 1).

#### B. Ölsäure-di-isobutylamid:

In dem eisernen Rührkessel von 2000 l Inhalt (Pos. ~~3~~ <sup>1</sup>) mit Mantel, eingerichtet, für Kältelauge und Dampfanschluss werden 265 l = 344 kg Natronlauge 33° Bé und 208 kg Diisobutylamin Mol. 129 vorgelegt und auf + 10° abgekühlt. Unter die Oberfläche läuft dann während 12 Stunden aus dem Ölsäurechloridscheider (Pos. 2) bei einer Temperatur von bis zu + 20° unter Kühlung mit Sole und fortwährendem Rühren das Ölsäurechlorid zu. Nachdem alles Ölsäurechlorid eingelaufen ist, wird die Suspension auf 50° angeheizt und eine Stunde gehalten. Nach dieser Zeit ist die Amidierung beendet und muss phenolphthalein-alkalisch reagieren. Die Suspension wird nun in den 3000 l verbleiten Scheider (Pos. 4) gedrückt und der Kondensationskessel (Pos. 3) mit 200 l Wasser nachgespült. Unter Rühren laufen dann aus dem Massgefäß (Pos. 4a) 125 l 50%ige Schwefelsäure in den Scheider (Pos. 4). Nachdem alle Schwefelsäure zugelaufen ist, wird das Rührwerk abgestellt, die Temperatur beträgt 45 - 50°. Das Diisobutylamid der Ölsäure hat ein spez. Gewicht von 0,87 - 0,88 und geht nach oben. Die sauren Salzbrühen werden nach 3 - 4 Stunden abgezogen. Sodann wird

das Amid nochmals mit 250 l 50%iger Schwefelsäure gewaschen, nach 3-stündigem Stehen die Salzbrühe wieder abgezogen, und die Reinigung nochmals mit 125 l 50%iger Schwefelsäure wiederholt. Im Scheider bleibt das Amid als klares Öl zurück.

Ausbeute: 835 - 840 l = 730 - 735<sup>kg</sup> Ölsäurediisobutylamid.

Bestimmung des Gehaltes an freier Ölsäure siehe Probe Nr. 2.

Der Gehalt an freier Ölsäure beträgt 7-9 %.

### C. Sulfierung:

Die Sulfierung erfolgt in dem 3400 l homogen verbleiten Doppelkessel (Pos. 5), der mit guter Kältelauge gekühlt werden muss.

Bei dem Ansatz ist darauf zu achten, dass auf je 130 kg Amid-Ölsäure 70 kg freie Ölsäure zugesetzt werden.

Beispiel: Nach Titration enthielten 735 kg Ölsäure-di-isobutylamid 8% freie Ölsäure d.h. aus 500 kg Ölsäure sind noch 58 kg freie Ölsäure vorhanden, also  $500 - 58 = 442$  kg Amid-Ölsäure. Um das Verhältnis Amid-Ölsäure zur freien Ölsäure zu erreichen, braucht man bei 442 kg Amid-Ölsäure 238 kg freie Ölsäure. Da im Amid aber bereits 58 kg freie Ölsäure enthalten sind, müssen noch 180 kg Ölsäure nachgesetzt werden. Es sind dann in der Sulfierung insgesamt 680 kg Ölsäure vorhanden.

Aus dem Scheider (Pos. 4) wird das Amid in den Sulfierkessel (Pos. 5) abgelassen, aus dem Massgefäß (Pos. 5a) 180 kg Ölsäure und aus dem Massgefäß (Pos. 4b) 730 kg Trichloräthylen zugefügt. Man kühlt nun auf  $-3$  bis  $-5^{\circ}$  ab und lässt unter Rühren und weiterem Kühlen noch aus dem Monohydratmassgefäß (Pos. 5b) während 12 - 14 Stunden 730 kg Monohydrat zufließen, wobei die Temperatur nicht über  $0^{\circ}$  steigen darf. Temperatur der Sole  $-15^{\circ}$ .

Die Menge Monohydrat beträgt 10% mehr als die eingesetzte Gesamtölsäure bei 680 kg, also 748 kg Monohydrat. Die angegebene Sulfierzeit ist nur einzuhalten bei einer Kaltesole von  $-14$  bis  $-15^{\circ}$ .



Nach beendigter Sulfierung wird noch  $\frac{1}{2}$  Stunde nachgerührt, zum besseren Drucke noch  $1\frac{1}{6}$  kg Trichloraethylen aus dem Massgefäß (Pos. 46) zugegeben, und dann die Sulfierung in den ausgesteinten Scheider (Pos. 6) von 7000 l, in dem 2800 l Wasser vorgelegt und auf  $+ 5^{\circ}$  abgekühlt waren, unter Rühren gedrückt. Durch Zugabe von Eis (ca. 1600 kg) sorgt man dafür, dass die Temperatur nicht über  $+ 5^{\circ}$  geht. Man lässt nun 4-6 Stunden stehen, wobei sich die Sulfierung gut unten absetzt.

#### D. Destillation:

Über eine ausgesteinte Vorlage (Pos. 7) kommt dann die ausgewaschene Sulfierung in den ausgesteinten Destillierkessel von 4000 l (Pos. 8). In dem Destillierkessel sind 300 l Wasser und 250 l = 325 kg Natronlauge  $33^{\circ}$  Bé (aus Pos. 8a) vorgelegt; unter Rühren wird die Sulfierung zugedrückt, wobei die Reaktion deutlich phenolphthaleinalkalisch bleiben muss. Die Mischtemperatur beträgt  $30-35^{\circ}$ . Mit kaltem Wasser wird auf ein Volumen von 2600 l eingestellt. Zum Heizen dient eine Kupferschlange, die vollständig in das zu destillierende Gut eintaucht, um eine Überhitzung des wegzudestillierenden Trichloraethylens zu vermeiden. Gegen Ende des Zudrückens wird die Phenolphthaleinreaktion schwächer, sodass nach und nach noch ca. 40 l = ca. 52 kg Natronlauge  $33^{\circ}$  Bé mit zugedrückt werden müssen. Unter stetem Rühren wird nun langsam hoch geheizt und dabei auf rotem Lackmuspapier die alkalische Reaktion dauernd verfolgt. Bis zum Ende der Destillation werden nun nach und nach 5 kg Natronlauge  $33^{\circ}$  Bé zugesetzt. Bei  $78^{\circ}$  fängt das Trichloraethylen an überzugehen, welches durch die beiden Schlangenkühler (Pos. 9 & 9a) in die Vorlage (Pos. 10) läuft. Bei  $102^{\circ}$  ist alles Trichloraethylen übergegangen. Es werden 816 kg Trichloraethylen wiedergewonnen, sodass mit einem Verlust von 10% zu rechnen ist. Nach 10 - 12 Stunden ist die Destillation beendet.

Um die Laugeaussalzbarkeit des Typs zu erreichen, wird nach Beendigung der Destillation dem Produkt noch 50 kg ~~Chlorsäure~~ zugesetzt. Dann kommen noch ca. 50 kg Natronlauge 33° Bé hinzu. Siehe Probe Nr. 3. Nun wird auf 20° abgekühlt und mit kaltem Wasser auf ein Volumen von 2500 l eingestellt. Dann wird im Laboratorium der Netzwert bestimmt (Probe Nr. 4) und auf 2678 kg eingestellt, Spez.-Gew. 1,02 - 1,03. Ferner wird auf Verlangen eine Fettbestimmung ausgeführt, Probe Nr. 5, stets aber die Laugebeständigkeit geprüft. Probe Nr. 6.

Ausbeute: 2678 kg.

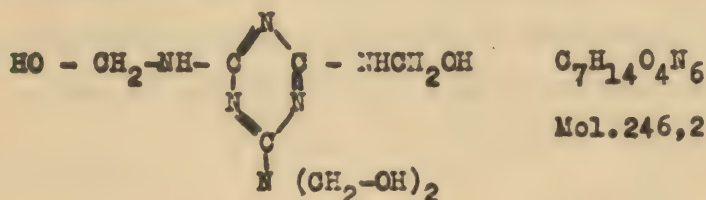
Für Exportzwecke wird auf Verlangen Humectol CX conc. hergestellt. Die Arbeitsweise ist dieselbe wie bei Humectol CX, nur wird vor der Destillation kein Wasser vorgelegt und <sup>statt</sup> Natronlauge 33° Bé, eine entsprechende Menge von 50° Bé, im Destillationskessel verwandt. Man erhält so ein Humectol CX conc. mit einer Stärke von 60-70:100.



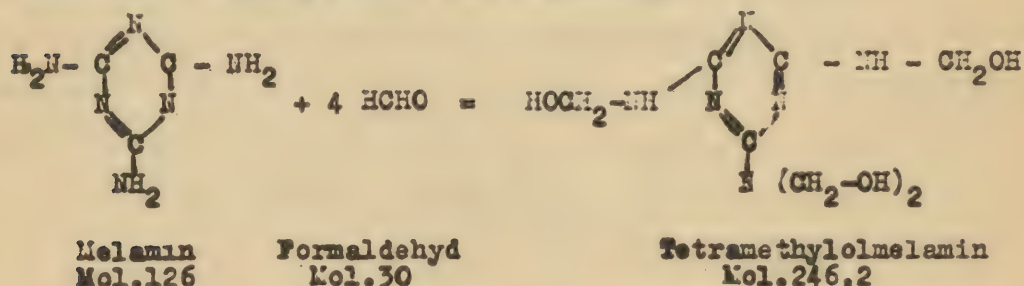
# Vorschrift zur Herstellung von Kaurit LKF.

## A. Chemischer Teil.

### I. Konstitution:



Chemischer Vorgang gemäss der Gleichung:



### II. Einsatz:

283,5 kg Melamin (=Azamin rein), trocken  
in Form von 90-95%igen Filterpresskuchen = 2,25 Mol.  
727,7 kg Formaldehyd 37 Gewichtsprozentig = 269 kg = 9 Mol.  
55,9 kg Triäthanolamin  
ca 1,2 kg Soda

### III. Ausbeute:

1000 kg Kondensationsprodukt enthaltend ca 60% Trockensubstanz  
(ca 28% Azamin)

### IV. Arbeitsweise:

In homogen verbleiten 1250 l Doppelkessel (1) werden 545,5 kg Formaldehyd (37 Gewichtsprozentig) vorgelegt, mit Sodalösung neutralisiert (Probe 1) und dazu 283,5 kg Azamin rein, trocken, in Form von Presskuchen, sowie 55,9 kg Triäthanolamin eingetragen. Unter Rühren wird mit Manteldampf auf 70 - 75° Innentemperatur erwärmt, bis eine klare Lösung eingetreten ist. Man hält noch 15 Minuten bei 75°, lässt dann weitere 182,2 kg Formaldehyd

(37 Gewichtsprozentig), die vorher mit Sodalösung neutralisiert wurden (Probe 1) zulaufen, heizt wiederum auf 75° an und drückt schliesslich schnell den Kesselinhalt in eine gemauerte Kühlwanne (2) aus. Hier erstarrt die Lösung zu einer weissen Masse (E.P. 47°), die nach längerem Stehen (im Winter 24 Std., im Sommer 48 - 54 Std.) so fest wird, dass sie mit Spachteln in faustgrossen Stücken ausgestochen werden kann. Die Stücke werden in einer Raspelmaschine (3) zu einer krümeligen Masse zerkleinert (Probe 2). Das Kaurit kommt in dieser Form, in Sperrholzfässern verpackt, zum Versand.

## V. Proben:

### a) Materialproben:

#### Azamin rein

126 g Azamin rein 100% sollen sich in 243 g Formaldehyd (37 Gewichtsprozentig mit Soda neutralisiert) bei 70 - 75° vollständig klar und farblos lösen. Der Gehalt an Azamin soll in der Paste mindestens 93 % betragen.

### b) Betriebsproben:

1.) Formaldehyd wird mit ca 20%iger Sodalösung auf einen pH-Wert von 7,6 - 8 eingestellt.

2.) 170 g Kaurit MKP werden in 800 ccm heisses Kondenswasser eingestreut und auf 90° erwärmt. Nach 5 - 10 Minuten muss eine klare farblose Lösung eingetreten sein. Man kühlt auf 40° ab.

I. 200 ccm obiger Lösung werden mit 50 ccm Kondenswasser versetzt. Der pH-Wert soll ca 8,5 erreichen.

II. 200 ccm der Lösung werden mit 1,25 ccm Glykolsäure und 50 ccm Kondenswasser (= 5 ccm Säure je Liter) versetzt. Der pH-Wert soll ca 6,8 betragen, darf jedoch 6,5 nicht unterschreiten, da sonst die Haltbarkeit beeinträchtigt wird. Zur Feststellung des pH-Wertes wird Indikatorenpapier "Bayer" Nr. 8 benutzt.

Die Lösungen I und II sollen nach 20 - 24 stündigem Stehen noch klar sein.



## B. Technischer Teil.

- 1.) Nr. 16237 Schmiedeeiserner, innen homogen verbleiter Doppelkessel mit Rührwerk  $n = 14$  und  $n = 63$ , Inhalt 1250 l, Druckleitung aus Eisen nach 2)
- 2.) gemauerte Wanne, innen mit Kacheln ausgelegt,  $3 \times 2 \times 0,3$  m mit aufgesetzten Seitenwänden, und Verdachung aus Holz. Entlüftung durch Ventilator ins Freie. Zulauf von 1) mit eingebautem Siebtopf aus Eisen. Entleerung von Hand in verbleite Filterpressenwagen.
- 3.) Alexanderwerk-Haushaltsmaschine zum Raspeln. Beschickung von Hand, Entleerung in darunter stehende Fässer.

Mainkur, den 18. Juli 1938

Verfahren zur Herstellung von  
Trypaflavin rein.

A.) Chemischer Teil.

I. Konstitution und Zusammensetzung:

Trypaflavin rein ist eine Mischung von 3.6-Diamino-10-Methyl-Akridiniumchlorid und 3.6-Diamino-Akridinchlorhydrat; es enthält ausserdem 7 - 8 % Wasser und 2,5 - 3,5 % Kochsalz.

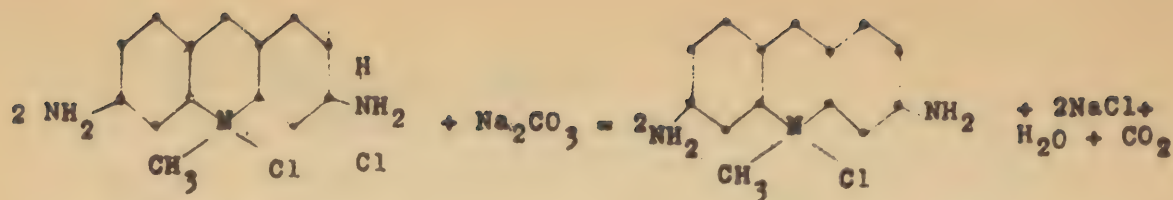
Normale Zusammensetzung:

63 - 67	%	Diaminomethylakridiniumchlorid	Mol. 259,5
21,5-27,5	%	Diaminoakridinchlorhydrat	Mol. 245,5
7 - 8	%	Wasser	
2,5 - 3,5	%	Steinsalz.	

II. Chemischer Vorgang:

Beim Neutralisieren der Lösung der Monochlorhydrate von 3.6-Diamino-10-Methylakridiniumchlorid und 3.6-Diamino-akridin (Trypaflavin sauer) wird mit Soda das 3.6-Diamino-10-Methylakridiniumchlorid frei gemacht, während das salzsaure 3.6-Diaminoakridin unverändert bleibt. Bei dem vorgeschriebenen Verdünnungsgrad bleibt das Gemisch in Lösung; es wird unter Zusatz von Carboraffin filtriert und in Filtrat das Trypaflavin mit Salzwasser abgeschieden.





### III. Einsatz:

40-41 kg Trypaflavin sauer (Paste) = 1/3 Partie Trypaflavin sauer

7,5 kg Carboraffin, eisenarm

etwa 12 kg Soda calc.

etwa 380 l Salzwasser 24° B $\phi$

etwa 2 1 Salzsäure 1,11.

IV. Ausbeute:

Etwa 19 kg Trycufavin.

## V. Arbeitsweise:

Der Kessel 1), der ca. 500 Ltr. Carboraffin-Waschwasser der vorangegangenen Partie enthält, wird bei einer Temperatur von 35-40° mit den Trypaflavin sauer (Paste) beschickt und etwa 1 Stunde bei ca. 40° gerührt. Alsdann gibt man unter weiteren Rühren 7,5 kg Carboraffin in den Kessel und soviel Soda (Vorsicht, starkes Schäumen), dass die Lösung ganz schwach (fast neutral) alkalisch reagiert. Rotes Lackmuspapier soll nach einigen Minuten nur einen sehr geringen Ueberschuss an Soda anzeigen. Nunmehr bringt man das Volumen mit Trinkwasser auf 580 Ltr. und rührt 3 Stunden bei 35-40°.

Nach Verlauf dieser Zeit drückt man den ganzen Kesselinhalt auf den Steinsauger 2) und saugt solange in den Kessel 1) zurück, bis das Filtrat völlig klar abläuft (Schauglas am SteinfILTER). Dann wird umgestellt (vorheriges Evakuieren von Kessel 5!), sodass das Filtrat nunmehr in den Kessel 5) läuft. Das in den Kessel 1) zu Beginn zurückgesaugte trübe Filtrat wird wieder auf den Sauger gedrückt. Der Carboraffinrückstand auf dem Sauger wird zunächst mit etwa 50 l Trinkwasser von 50° gewaschen; das Filtrat läuft in Kessel 5). Inzwischen hat man in Kessel 1) 500 l Trinkwasser auf 50° erwärmt und wäscht mit diesem den Carboraffinrückstand zum zweiten Mal unter Zusatz von soviel Salzsäure, dass das Waschwasser ganz schwach sauer reagiert (Methylorange). Dieses Filtrat, das zum Ansatz der nächsten Partie dient, saugt man in Kessel 1) zurück. Die Carboraffinrückstände enthalten kein Trypaflavin mehr und werden fortgeworfen.

Damit der P.H.-Wert des Trypaflavins 6-7 beträgt, ist es nötig die schwach alkalische Trypaflavinalösung in Kessel 5) (etwa 600 l) vor dem Füllen mit Kochsals vorsichtig mit soviel konz. Salzsäure zu versetzen (durchschnittl. 150-200 ccm) bis eine Probe im Reagensglas nach Zusatz von 3 Tropfen einer 0,4%igen alkoholischen Bromthymolblaulösung sich nicht mehr verändert d.h. keine alkalische Reaktion mehr zeigt.

Inzwischen hat man in Kessel 7) Salzwasser von 24° Bé bereitet. Davon filtriert man etwa 380 l durch die Filterpresse 3) in den Kessel 6) und wärmt auf 30° an. Das filtrierte Salzwasser drückt man nun unter beständigem Rühren in 2-3 Minuten in den Kessel 5)



zu der neutralisierten Trypaflavinlösung. (Der Tonhahn der Leitung nach Kessel 5) ist ganz offen). Damit das fertige Produkt die richtige Kristallform erhält, die den normalen Kochsalzgehalt von 2,5 - 3,5 % gewährleistet, ist es nötig, sowohl das Salzwasser, als auch die Trypaflavinlösung genau auf 32° Temperatur einzustellen. Ebenso muss auch das Wasserbad von Kessel 5) 32° warm sein, um ein zu schnelles Abkühlen der Fällung zu verhindern. Nur bei dieser Temperatur enthält das getrocknete Trypaflavin etwa 2,5% Kochsalz. Nach der Fällung rührt man noch solange (3-4 Minuten) bis das zuerst ölig ausgefallene Trypaflavin erstarrt ist.

Das Wasserbad von Kessel 5) darf während der ersten Stunden nicht gekühlt werden. Erst nachdem die Temperatur am nächsten Tag auf 23 - 24° gesunken ist, ist es angebracht, das Bad unter gleichzeitigen Rühren des Fällkessels durch Zugabe von Wasser auf eine niedrigere Temperatur zu bringen. Bei etwa 20° wird dann zentrifugiert.

Man schleudert bis keine Flüssigkeit mehr abläuft, was je nach der Form des Produktes 3-5 Stunden dauert.

### Trocknen:

Je 3 Partien verteilt man partieweise, gleichmässig und gut zerkleinert auf je 9 Haveghorden und trocknet während der ersten 15-20 Stunden bei 35-40°, während der nächsten 12 Stunden bei 55-60°. Je nach der Form des Produktes geht die Trocknung langsam oder schnell von statten. Unmittelbar nach

dem Trocknen sollte der Wassergehalt 6,3% betragen (Probe 1). Da derselbe erfahrungsgemäss beim Mahlen und Umfüllen durchschnittlich um 1,3% zunimmt, enthält das versandfertige Produkt nun die gewünschten 7-8% Wasser.

Ausbeute je Partie: Etwa 19 kg trocken (Probe 2).

#### Mahlen:

Je 3 Partien (ca. 57 kg), die man nach den Analysenwerten zusammenst 1lt, werden etwa 24 Stunden in der Mahltrommel 9) gemahlen und dann baldmöglichst in 120 l Patentfässern versandt.



Mainkur, den 4. Oktober 1944.

Verfahren zur Herstellung von  
Thiodiphenylamin S.  
=====

A.) Chemischer Teil.

I. Konstitution:



Mol. 199

II. Chemischer Vorgang:

Diphenylamin und Schwefel werden unter Zusatz des Katalysators  $\text{AlCl}_3$  bei ca.  $170-180^\circ$  zur Reaktion gebracht. Der freiwerdende  $\text{H}_2\text{S}$  wird abgeführt und auf Na-Sulphydrat verarbeitet.



III. Einsatz:

1700 kg Diphenylamin  
646 " Schwefel  
20-25 " Aluminiumchlorid

IV. Ausbeute: 2000 kg Diphenylamin

V. Arbeitsweise:

1700 kg Diphenylamin werden aus dem 20 cbm Lagerkessel über den Wiegekessel in Kessel 1 eingedrückt. Dazu kommen 20 kg Aluminiumchlorid. Es wird auf  $160-165^\circ$  angeheizt. In Kessel 2 werden 646 kg Schwefel bei ca.  $130^\circ$  geschmolzen. Im Laufe von 2-3 Stunden wird nun der geschmolzene Schwefel in dünnem Strahl langsam in das Diphenylamin im Kessel 1 bei von  $165-180^\circ$  ansteigenden Temperaturen eingedrückt. Der dabei entstehende  $\text{H}_2\text{S}$  wird der Absorptionsanlage zur Darstellung von Na-Sulphydrat zugeführt. Nach beendetem Eindrücken wird die Schmelze noch 2 Stunden auf  $180-200^\circ$  geheizt (Probe 1) und dann in 2 Wannen (3) ausgedrückt. Nach wenigen Stunden ist das Thiodiphenylamin in den Wannen erstarrt. Es wird von Hand herausgestossen und eingefasst. Das Produkt wird in der Zentralmühle gemahlen (Probe 2).

Ausbeute: 2000 kg Thiodiphenylamin S.

-2-

### Laboratoriumsproben:

Probe 1: Eine Probe der fertigen Schmelze aus dem Schmelzkessel soll einen Schm.Pkt. von mindestens  $173-175^{\circ}$  haben. Liegt er tiefer, so hat das Aluminiumchlorid nicht ausgereicht. Die Schmelze muss dann unter  $150^{\circ}$  abkühlen und unter Zusatz von neuem  $\text{AlCl}_3$  nochmals geheizt werden.

Probe 2: Das Endprodukt muss einen Schm.Pkt. von  $173-175^{\circ}$  haben.

### Erfahrungen:

Beim Zusammenschmelzen von Diphenylamin und Schwefel in Gegenwart von  $\text{AlCl}_3$  beginnt die Reaktion bei ca.  $155^{\circ}$  und steigert sich in wenigen Minuten zu grosser Heftigkeit, <sup>so dass</sup> dabei freiwerdende  $\text{H}_2\text{S}$  - ca. 300 kg pro Partie - ~~bewirkt~~ <sup>wobei</sup> ein starkes Aufschäumen der Schmelze bewirkt, Vorlagen und Rohrleitungen, die den  $\text{H}_2\text{S}$  abführen sollen, von dem übergeschäumten erstarrenden Produkt verstopft werden. Diese Schwierigkeiten sind zu umgehen, indem man die Umsetzung so vornimmt, dass man die eine Komponente vorgelegt und die andere bei Reaktionstemperatur langsam zulaufen lässt. Ausser der in diesem Verfahren beschriebenen Arbeitsweise kann man auch das Aluminiumchlorid vorlegen und das zusammengesmolzene Gemisch von Diphenylamin und Schwefel bei  $165-180^{\circ}$  zulaufen lassen. Notwendig ist, stets dafür zu sorgen, dass der Einlauf durch das Schauglas gut überwacht wird und mindestens 2 Stunden dauert. Die Abgasleitung für den  $\text{H}_2\text{S}$  und die Vorlagen in dieser Leitung sind mit grösseren, leicht abnehmbaren Flanschen versehen, die die Reinigung der Gefässe wie auch der Leitungstücke von mitgerissenem  $\text{AlCl}_3$ , Diphenylamin usw. leicht ermöglichen.

### B. Technischer Teil.

#### Apparatur:

- 1.) Ein 2000 l gusseiserner Schmelzkessel mit hochgewölbtem Deckel, Rührer, Ölbad, Gasfenerung. Der 400 mm weite Stutzen für die Abgasleitung des  $\text{H}_2\text{S}$  ist oberhalb des Kessels trichterförmig ausgeweitet. Die 200 mm Leitung führt durch 2 hintereinander geschaltete Vorlagen von je ca. 800 l Inhalt, von denen eine pro Partie mit einigen l verdünnter Natronlauge zum Zurückhalten von mitgerissenem saurem  $\text{AlCl}_3$  gefüllt ist. Von der letzten Vorlage führt eine 150 mm  $\varnothing$  gusseiserne Leitung zur Absorptionsanlage für  $\text{H}_2\text{S}$ .



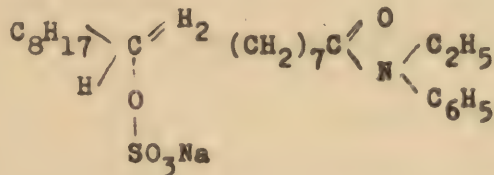
- 2.) Ein gusseiserner Doppelkessel mit Rührer, Dampfbad, isolierte Doppelrohrdruckleitung nach Kessel 1). In die Doppelrohrleitung ist eine Laterne zur Beobachtung des Schwefeleinlaufs und darüber ein Siebtopf mit düsenartigem Ablauf eingebaut.
- 3.) 2 schmiedeeiserne flache Wannen als Kühlwannen für die Schmelze.

C. Produktionsmöglichkeit.

Täglich	2 Partien	=	4000 kg
Monatlich		=	100 t.

Verfahren zur Herstellung von  
Dismulgan IV

im wesentlichen Sulfoester des Olsäureaethylanilids Mol. 505.



Verfahren:

1.) Olsäurechlorid:

In den sauer ausgesteinten Doppelkessel von 1000 l Inhalt (Pos. 1) laufen aus dem Olsäuremassgefäß (Pos. 5a) 500 kg = 536 l Olsäure und werden auf 50° angewärmt. Unter die Oberfläche laufen dann aus dem Massgefäß (Pos. 1a) 100 kg Phosphortrichlorid = 63,5 l, wobei die Temperatur auf 45° zurückgeht. Das Rührwerk lässt man dann 3 Umdrehungen machen, stellt wieder ab, erhitzt auf 55° und hält 3 Stunden bei dieser Temperatur. Nach dieser Zeit ist die Reaktion beendet. Die entstandene phosphorige Säure setzt sich als dickes Öl am Boden ab. Der Kesselinhalt wird dann in den 1000 l homogen verbleiten Scheider (Pos. 2) gedrückt, wo in 12 Stunden eine gute Trennung sich vollzieht. Im Winter wird schon nach 5-6 Stunden ein Teil der phosphorigen Säure abgezogen, da dieselbe sonst erstarrt. Die am Boden sitzende phosphorige Säure wird in den Kanal gelassen (ca. 65 kg). Im Scheider befindet sich das Olsäurechlorid.

Ausbeute: 530-535 kg spez.Gew. C,92-0,93

Prüfung des Chlorids siehe Probe Nr. 1 bei Humextol CX.

2.) Olsäureaethylanilid:

In dem gusseisernen Doppelkessel von 2000 l (Pos. 3) werden 300 kg Lauge, 200 l Wasser und 214 kg Monoaethylanilin vorgelegt. Bei 20° läuft das Olsäurechlorid aus dem Scheider (Pos.2) unter Rühren während 8-10 Stunden zu, wobei dauernd mit Kältelauge gekühlt wird. Nachdem alles eingelaufen ist, wird auf 50° angeheizt, eine Stunde dabei gehalten, dann noch 1 Stunde bei 60° gehalten und schliesslich auf 70-80° angewärmt. Der Kesselinhalt wird dann in den 3000 l Spitzkessel (Pos. 4) gedrückt, in dem das Anilid mit 50%iger Schwefelsäure gewaschen wird. Aus dem



2000 l Mischkessel (Pos. 11) werden über das 500 l verbleite Massgefäß (Pos. 4a) = 125 l 50%ige Schwefelsäure in den 3000 l Spitzkessel (Pos. 4) gedrückt und bei 70-80° kurz gerührt, ~~wobei~~ dann 3 Stunden bei dieser Temperatur stehen gelassen, die untere saure Schicht in den Kanal abgezogen. Unter Rühren gibt man dann nochmal 250 l 50%ige Schwefelsäure zu, rührt kurz und lässt, dann 6 Stunden stehen. Nachdem nun die untere Brühe wieder abgelassen ist, läuft das klare Aethylanilid in den Sulfierkessel (Pos. 5), in dem 561 kg Trichloraethylen aus Pos. 4b zugegeben werden. Prüfung des Anilids s. Probe Nr. 2 bei Humextol CX.

#### Sulfierung:

Der Inhalt des Sulfierkessels wird unter 0° abgekühlt und während 10-12 Stunden bei 0° 50 kg Monohydrat aus dem Massgefäß (Pos. 5b) zugegeben. Die Temperatur darf nicht über 0° steigen, Sooltemperatur mindestens -15°.

Nach Beendigung der Sulfierung wird dieselbe sofort langsam in den homogen verbleiten Spitzkessel von 7000 l gedrückt (Pos. 6), in dem 3000 l Wasser und ca. 300-400 kg Eis vorgelegt sind. Die Temperatur des vorgelegten Wassers muss 0° betragen, während des Eindrückens der Sulfierung wird noch mit Kältelauge gekühlt, dass die Temperatur nicht über + 5° steigt. Ist die ganze Sulfierung zugelaufen, wird das Ruhrwerk abgestellt und bis zum anderen Morgen stehen gelassen. Die unten sitzende <sup>Lösung des</sup> Sulfioester des Olsäure-aethylanilids wird <sup>Trichloraethylen</sup> dann über die Vorlage Pos. 7 in den Destillationskessel (Pos. 8) gedrückt.

#### Neutralisation und Wiedergewinnung des Trichloraethylens:

In dem ausgesteinten Destillationskessel (Pos. 8) werden 200 l Natronlauge 33° Bé und soviel Wasser vorgelegt, dass das Ruhrwerk gerade noch greift. Während des Andrückens der Sulfierung muss die Lösung schwach phenolphthaleinalkalisch reagieren. Dann wird langsam angeheizt und das Trichloraethyl abdestilliert. Bei 78° Innentemperatur beginnt das Gemisch von Wasser und Trichloraethylen überzugehen, bei 85° geht die Hauptmenge Trichloraethylen über und bei 98-100° ist die Destillation beendet. Während der Destillation werden Proben genommen, die noch schwach alkalisch auf Lackmuspapier reagieren müssen. Destillationsdauer 10-12 Stunden. Bei eintretender Rötung des Lackmuspapiers ist ein Zusatz von Lauge nötig, jedoch ist zu grosser Überschuss von Lauge zu vermeiden, da das fertige Produkt keinesfalls laugealkalisch

(phenolphthaleinrot) sein soll. Zwischen 70- & 80° muss die Destillation besonders scharf beobachtet werden, da das Produkt ausserordentlich zum Schäumen neigt. Bei übermässigem Schäumen wird etwas Druckluft auf den Destillationskessel gestellt.

Bei der Destillation werden 540 kg Trichloräthylen wiedergewonnen, die zur Entfernung des Wassers von Pos. 19) nach dem Scheider Pos. 20) gedrückt werden.

Das im Destillationskessel befindliche Dismulgan IV wird mit Wasser auf 1800 kg eingestellt (spez. Gew. 1,05-1,06, Fettgehalt 35 %, siehe Probe 5 von Humcotol CI). Die Farbe ist hellbraun. Netzwert 1,2 g im Liter = 110-120 Sek. Netzzeit. Laugebeständigkeit 2 g i. Ltr. = 12 ocm Natronlauge 40° Bé.

Ausbeute: 1800 kg.

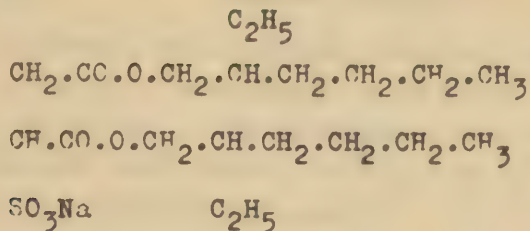


Mainkur, den 25. Oktober 1944

Vorschrift zur Fabrikation von Dismulgan VII

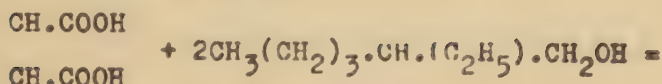
(Holl.Nr.11742)

Konstitution:



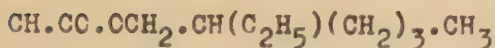
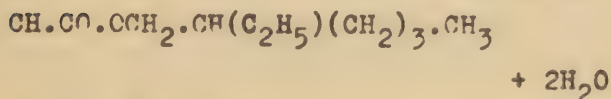
Mol. 444

Chemischer Vorgang:

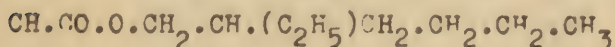
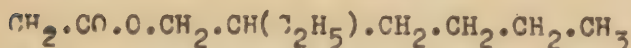
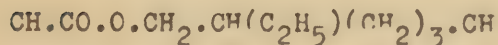
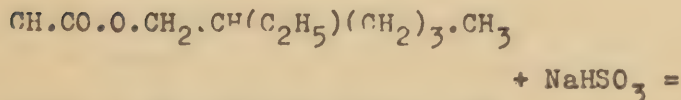


Mol. 116

Mol. 130



Mol. 340



Maleinsäure wird mit Alpha-Äthylhexanol unter Zusatz von p-Toluol-sulfosäure zum Maleinsäure-di-(Alpha-Äthylhexyl)ester umgesetzt. Durch Anlagerung von Natriumbisulfit wird der Ester in das Natrium-salz des Sulfobernsteinsäure-di-(Alpha-Äthylhexyl)-esters übergeführt (Dismulgan VII).

### Einsatz:

4307 kg Äthylhexanol 100%  
1830 " Maleinsäure 100%  
75 " p-Toluolsulfosäure 50%ige Paste  
4330 " Spiritus 95%ig  
2194 " Bisulfit Pulver 100% = 2250 kg effektiv  
190 " Natronlauge 33° B<sub>é</sub>

### Ausbeute:

Die Ausbeute beträgt 560 kg Dismulgan VII auf 100 kg Einsatz Maleinsäure.

### Arbeitsweise:

In einem homogen verbleiten Doppelkessel von 8 cbm Inhalt (Nr.1) werden 4307 kg Äthylhexanol 100% (Probe Nr.1) eingesaugt und darauf unter Rühren 1830 kg Maleinsäure 100% und 75 kg p-Toluolsulfosäure Paste (etwa 50%ige Ware) eingetragen. Es wird nun innerhalb einer Stunde auf 101°, weiter im Laufe von 7 Stunden langsam auf etwa 145° geheizt. Bei 101° beginnt das Abdestillieren des Wassers. Der Kessel ist dabei über einen Rückflusskühler (Nr.2) mit einem kleinen Scheider verbunden, der mitüberdestilliertes Äthylhexanol dem Veresterungsgemisch wieder zuführt. Nachdem die Hauptmenge des Wassers abdestilliert ist, wird der Kessel über Nacht weiter geheizt, wobei die Temperatur bis 151/152° steigt. Dabei geht nur noch wenig Wasser über. Zur Entfernung der letzten Reste Wasser wird der Rückflusskühler und der Scheider abgeschaltet und der Kessel über einen Schlangenkühler (Nr.3) auf eine kleine Vorlage von 100 Liter Inhalt geschaltet, die unter Vacuum gestellt wird. Das Vacuum wird dabei so schwach eingestellt, dass in den Schaugläsern der Kühlschlangen das Destillat (Wasser und überschüssiges Äthylhexanol) fast tropfenweise erscheint. Nach etwa 5 stündigem Destillieren bei 150/152° ist die Destillation beendet. Der Kessel wird auf Raumtemperatur abgekühlt. Volumen etwa 6000 - 6100 Liter. Spez.Gewicht des Esters ca 0,940.

### Sulfitierung des Esters:

In einen emaillierten Doppelkessel von 3,7 cbm Inhalt (Nr.4) werden 1100 Liter Ester übergedrückt (gemessen im Emailliekessel). Dazu laufen aus einem Messgefäß (Nr.5) 750 kg Spiritus 95%ig. Unter Rühren wird der Ester durch vorsichtige Zugabe von Lauge



schwach lackmusalkalisch gestellt. Es werden etwa 20 - 25 Liter Lauge verbraucht. Inzwischen werden in einem ausgemauerten Rührkessel von 3 cbm (Nr.6) 390 kg Natriumbisulfit wasserfrei = 380 kg 100% (durchschnittlicher Gehalt 97,5%) in 600 Liter Wasser gelöst. Nach Alkalisierung des Esters wird die Bisulfitlösung zugeedrückt. Gesamtvolumen 2900 Liter. Der Kessel wird geschlossen, langsam auf 98 - 100° geheizt und 12 Stunden bei dieser Temperatur gelassen. Der Druck beträgt etwa 1,6 Atü. Darauf wird auf 60° abgekühlt und nach Ablassen des restlichen Druckes wieder angeheizt zum Abdestillieren eines Teiles des Spiritus. Hierzu wird der Kessel über einen Kühler (Nr.7) mit einer Vorlage (Nr.8) verbunden. Bei 80° beginnt die Destillation. Die Temperatur wird langsam bis 91° gesteigert. Sobald 91° erreicht sind, wird die Destillation unterbrochen und der Kessel auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Destillation dauert etwa 7 Stunden. Das fertige Produkt wird in Sperrholzdichtfässer von 200 Liter Inhalt ausgedrückt. Von jeder Partie wird sofort die Oberflächenspannung, der pH Wert und der Gehalt an flüchtigen Bestandteilen bestimmt (Probe 2). Der obige Sammelansatz Ester ergibt fünf Sulfittierungsansätze zu je 1100 Ltr., dazu noch einen sechsten Ansatz zu etwa 800 Ltr. (immer gemessen im Emaillekeßel). Zum letzten Ansatz werden die Zusätze entsprechend der Literzahl des Esters berechnet. Nach Aufarbeitung der gesamten Estermenge wird der überdestillierte Spiritus alkalisch gestellt und in der Spiritus Kolonne destilliert. Wird bei der Sulfittierung ein schwächerer als 95%iger Spiritus eingesetzt, so muss die Wassermenge zum Lösen des Bisulfits entsprechend dem Wassergehalt des Spiritus verringert werden. Vom eingesetzten Spiritus werden etwa 70 - 82 % zurückgewonnen, die restlichen 18 - 30 % bleiben im Dismulgan.

#### Erfahrungen:

Bei der Esterbildung muss das Abdestillieren des Wassers sehr vorsichtig geschehen. Es hat sich herausgestellt, dass Partien, bei denen das Wasser schnell abdestilliert wurde, ein unbrauchbares Dismulgan lieferten.

#### Proben:

1.) Von jeder Sendung Äthylhexanol wird vom analyt. Laboratorium die Hydroxylzahl bestimmt. Die untere zulässige Grenze der Hydroxylzahl ist 415. Nach der Hydroxylzahl wird der Einsatz berechnet. Es wird ein Überschuss von 5% über Theorie genommen.

## LIST OF CAPTURED DOCUMENTS

### Instructions for Making and Testing Products

Process for preparation of Humectol CX	4 Feb. 1938
Kaurit MKF	Sep. 1943
Instructions for making Kaurit MKF	11 Jan. 1944
Process for making pure Trypsflewin	18 July 1938
Process for making Thiodiphenylamine S	4 Oct. 1944
Process for making Dismulgan IV	24 Apr. 1941
Instructions for making Dismulgan VII	25 Oct. 1944
List of personnel in different departments	5 Apr. 1945
List of projects supervised by different men.	
Payroll records showing allocation of technical men during war.	









NATIONAL LIBRARY OF MEDICINE



NLM 03617477 2